

УДК 543.423

## ОПЫТ ЭКСПЛУАТАЦИИ ЭМИССИОННОГО ВАКУУМНОГО СПЕКТРОМЕТРА SPECTROVAC 2000 В ЛИТЕЙНОМ ЦЕХЕ ЗСМК

*В.В.Мандрыгин, В.Е.Мерошникова, И.Д.Исмаилов*  
ОАО "Западно-Сибирский металлургический комбинат",  
654043, Новокузнецк Кемеровской области  
*rsiczl@zsmk.ru*

Изложен опыт использования спектрометра SV 2000 для анализа углеродистых и высоколегированных сталей, литейных и высоколегированных чугунов, цветных сплавов на медной и алюминиевой основе. Приведены метрологические характеристики, полученные при аттестации нестандартизованных методик. Показана возможность анализа алюминия общего и растворенного. Проведено сравнение пределов обнаружения, полученных разными методами. Рассмотрены выявленные конструктивные недостатки спектрометра SV 2000 и способы их устранения.

**Мандрыгин Владимир Васильевич – заместитель начальника ЦЗЛ, начальник РСЛ Западно-Сибирского металлургического комбината.**

**Область научных интересов: рентгено-спектральный и спектральный анализ, анализ газов в металлах, аналитическое оборудование для анализа материалов металлургического производства, автоматизация аналитического процесса.**

**Автор 16 статей.**

**Мерошникова Валентина Егоровна – инженер спектрального анализа рентгеноспектральной лаборатории Западно-Сибирского металлургического комбината.**

**Область научных интересов: эмиссионный анализ высоколегированных сталей и чугунов, цветных сплавов.**

**Автор 1 публикации.**

**Исмаилов Игорь Джамилович – инженер-электронщик рентгеноспектральной лаборатории Западно-Сибирского металлургического комбината.**

**Область научных интересов: промышленная электроника.**

**Автор 2 статей.**

Спектрометр SPECTROVAC 2000 (SV 2000), модель DV5 фирмы BAIRD эксплуатируется в экспресс-лаборатории литейного цеха Западно-Сибирского металлургического комбината (ЗСМК) уже с 1994 года, что позволило накопить большой опыт работы с данным прибором.

Спектрометр SV 2000 интересен тем, что на нем выполняется анализ различных марок стали и чугуна (от простых углеродистых сталей и литейных чугунов до высоколегированных сталей и чугунов), а также анализ цветных сплавов (на основе меди, алюминия); длительность анализа на 10-15 элементов составляет 5 мин. Раньше для этих целей использовались два прибора: рентгенофлуоресцентный спектрометр VRA-2 фирмы KARL ZEIS JENA (для анализа высоколегированных сталей, всех марок чугуна, цветных сплавов) и эмиссионный спектрометр JY-32E фирмы JOBIN YVON (для анализа углеродистых сталей). Анализ на VRA-2 был очень сложным и длительным - на анализ одной пробы высоколегированной стали на пять компонентов требовалось 30 мин. Кроме того, на VRA-2 вообще нельзя было определять углерод, серу и фосфор, поэтому их устанавливали химическим методом, который был тоже длительным и сложным. Таким образом, внедрение SV 2000 позволило существенно сократить время анализа и дало большой экономический эффект.

Для решения широкого круга задач спектро-

метр SV 2000 оснащен двумя штативами: один используется для анализа черных металлов, другой - для цветных сплавов.

Диапазон длин волн оптической системы составляет 178-766 нм (от фосфора до калия). Спектрометр имеет 64 приемных канала, мы используем 42. Для анализа высоких концентраций хрома, никеля, меди, марганца в стали и чугуна, а также алюминия, свинца, кремния, олова, цинка в цветных сплавах были выставлены по нашему заказу дополнительные линии.

Оптическая регулировка спектрометра SV 2000 (профилирование входной щели) выполняется по линии ртути, что является большим преимуществом, так как не требует обыскивания специальных образцов для профилирования. Программное обеспечение прибора является достаточно простым и удобным, имеет много возможностей: снятие кривых обжига, расчет влияний, выбор высокого напряжения для ФЭУ, статистические расчеты, создание библиотеки стандартных образцов.

### Аналитические возможности спектрометра

Для анализа различных марок чугуна и стали на спектрометре SV 2000 создано несколько программ:

- 1) углеродистые и низколегированные стали;
- 2) высокомарганцовистая сталь 110Г13;
- 3) хромистые стали (20Х5М, 40Х9С2, 20Х13, 12Х17, 15Х25Т, 75Х28);
- 4) хромоникелевые стали (12Х18Н9Т, 20Х20Н14С2, 20Х25Н20С2, 06ХН28МДТ);
- 5) хромомарганцовистые стали (55Х18Г14С2, 30Х20Г20АСФ);
- 6) хромоникельмарганцовистая сталь 60Г7Х10Н6Т;
- 7) литейный чугун отбеленной структуры;
- 8) белый легированный чугун (ИЧХ17, ИЧХ18, ИЧХ22, ИЧХ30, ИЧХ32);
- 9) белый легированный чугун 250Х24ВЗТ.

Длины волн и диапазон массовых долей определяемых элементов для различных программ представлены в табл. 1.

Таблица 1

Длины волн и диапазоны массовых долей определяемых элементов для различных программ

Элемент	Длина волны, нм	Диапазоны массовых долей определяемых элементов для различных программ, %								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
C	193,09	0,01-2,0	0,07-1,65	0,10-1,2	0,03-0,90	0,10-0,60	0,03-0,80	1,5-4,5	1,5-3,4	1,5-3,7
Si	212,41	0,01-2,5	0,20-1,10	0,08-2,9	0,20-3,0	0,30-3,0	0,40-1,0	0,15-4,7	0,20-3,1	0,15-1,10
Mn	293,31	0,05-2,5	-	0,06-1,45	0,30-2,2	-	-	0,1-2,0	0,3-4,0	0,20-3,0
Mn*1	263,82	-	12,0-19,0	-	-	10,0-20,0	2,0-11,0	-	-	-
S	180,73	0,002-0,17	0,004-0,030	0,007-0,050	0,003-0,050	0,005-0,015	0,003-0,030	0,005-0,15	0,01-0,09	0,010-0,060
P	178,29	0,002-0,07	0,009-0,10	0,009-0,060	0,005-0,060	0,010-0,090	0,005-0,050	0,02-0,5	0,02-0,07	0,015-0,05
Cr	267,72	0,01-2,5	0,03-1,35	-	-	-	-	0,01-0,5	-	-
Cr*1	298,92	-	-	2,5-30,0	13,0-25,0	10,0-24,0	9,0-18,0	-	10,0-40,0	13,0-39,0
Ni	231,60	0,01-3,0	0,4-0,75	0,10-3,0	-	-	-	0,01-0,5	0,2-4,0	0,2-0,5
Ni*1	218,46	-	-	-	5,0-31,0	-	2,0-9,0	-	-	-
Al	394,40	0,005-0,50	0,008-0,15	0,05-0,60	0,008-0,25	-	-	-	-	-
Cu	327,40	0,01-0,70	0,02-0,45	-	0,01-0,80	-	-	0,02-0,2	1,0-4,0	-
Cu*1	510,55	-	-	0,10-1,0	0,40-2,0	-	-	-	-	-
Mo	281,62	0,01-1,3	-	0,02-5,0	0,04-2,7	-	-	-	0,2-2,0	-
V	310,23	0,005-1,7	0,20-0,90	0,02-3,65	0,03-0,30	-	-	0,01-0,5	0,02-1,5	-
Ti	337,28	0,005-0,60	0,02-0,80	0,03-0,70	0,02-1,75	0,15-0,60	-	0,01-0,10	-	0,01-0,10
W	207,91	0,1-2,5	0,005-0,15	0,09-5,0	0,10-4,7	-	-	-	-	-
As	189,04	0,005-0,10	-	-	-	-	0,03-0,60	0,01-0,10	-	0,07-4,0
Nb	319,43	0,01-0,10	-	-	0,45-1,35	-	-	-	-	-
B	182,64	0,001-0,04	-	-	-	-	-	-	-	-

Для каждой программы определены условия анализа, построены градуировочные зависимости.

Сразу же после внедрения спектрометра в 1994 г. проведена метрологическая оценка раз-

работанных методик в соответствии с требованиями МУ МО 14-1-3-90 в диапазонах, регламентированных ГОСТ 18895 и 27611. Полученные показатели сходимости ( $P_{\text{сх}}$ ) и воспроизводимости ( $P_{\text{в}}$ ), не превышающие допускаемые значения

( $\Pi_{\text{сх}} < 0,35$ ;  $\Pi_{\text{в}} < 0,85$ ), представлены в табл. 2. Там же для сравнения приведены аналогичные дан-

ные для спектрометра JY-32E, функционирующего в литейной лаборатории с 1991 г.

**Таблица 2**  
Метрологические характеристики спектрометров SV 2000 и JY-32E в диапазонах, регламентированных ГОСТ 18895 и 27611

Элемент	Диапазон массовых долей, %	$\Pi_{\text{сх}}$		$\Pi_{\text{в}}$	
		SV 2000	JY-32E	SV 2000	JY-32E
C	0,05-1,5	0,21	0,11	0,70	0,69
Si	0,01-2,5	0,27	0,07	0,61	0,30
Mn	0,05-3,0	0,24	0,08	0,84	0,23
S	0,002-0,15	0,27	0,16	0,85	0,80
P	0,004-0,12	0,09	0,07	0,44	0,71
P	0,08-0,50	0,18	0,18	0,75	0,78
Cr	0,01-5,0	0,35	0,08	0,70	0,21
Ni	0,02-4,0	0,25	0,14	0,54	0,63
Al	0,005-1,5	0,19	0,11	0,43	0,35
Cu	0,02-1,5	0,10	0,04	0,54	0,24
Mo	0,01-5,0	0,14	0,10	0,59	0,32
V	0,005-2,0	0,08	0,08	0,23	0,17
Ti	0,005-0,5	0,11	0,08	0,48	0,27
W	0,10-2,5	0,26	-	0,65	-
As	0,005-0,2	0,15	-	0,54	-
B	0,001-0,03	0,08	-	0,61	-
Nb	0,02-2,0	0,14	-	0,32	-

Проведена аттестация методик количественного химического анализа (КХА) массовых долей марганца, хрома, никеля в диапазонах, выходящих за пределы ГОСТ 18895, нормированные значения  $\sigma_{\text{в}}$  взяты из МУ МО 14-1-61-90. Рассчитанные показатели сходимости ( $\Pi_{\text{сх}}$ ), воспроизводимости ( $\Pi_{\text{в}}$ ) и точности ( $\Pi'_{\text{т}}$ ) приведены в табл.3.

**Таблица 3**  
Метрологические характеристики, полученные при аттестации нестандартизованных методик КХА на спектрометре SV 2000

Элемент	Массовые доли, %	$\Pi_{\text{сх}}$	$\Pi_{\text{в}}$	$\Pi'_{\text{т}}$	$\Pi'_{\text{н}}$
Сталь					
Si	2,5-3,0	-	-	-	0,03
Mn	50-20,0	0,24	0,80	0,62	-
Cr	10,0-30,0	0,20	0,69	0,58	-
Ni	10,0-30,0	0,34	0,76	0,74	-
Чугун					
Mn	2,0-4,0	-	-	-	0,14
Cr	10,0-40,0	-	-	-	0,10
Ni	0,5-4,0	-	-	-	0,19
Cu	1,0-4,0	-	-	-	0,14
Mo	0,2-2,0	-	-	-	0,10
V	0,2-2,0	-	-	-	0,14

Кроме того, была выполнена аттестация методик КХА массовых долей марганца, хрома, никеля, меди, молибдена, ванадия в диапазонах, выходящих за пределы ГОСТ 27611, и кремния, выходящего за пределы ГОСТ 18895, причем нормы точности  $\sigma_{\text{в}}$  в МУ МО 14-1-61-90 отсутствуют. В связи с этим сначала установили экспериментальным путем, используя методику М 1-90 [1], значения среднего квадратического отклонения  $\sigma_{\text{в}}$ , затем рассчитали показатели правильности ( $\Pi'_{\text{н}}$ ), представленные в табл.3.

Метрологические характеристики, полученные при аттестации нестандартизованных методик и представленные в табл.3, удовлетворяют требованиям МУ МО 14-1-3-90:  $\Pi_{\text{сх}} < 0,35$ ;  $\Pi_{\text{в}} < 0,85$ ;  $\Pi'_{\text{т}} < 0,75$ ;  $\Pi'_{\text{н}} < 0,15$  (для  $K = 30-40$ ) и  $\Pi'_{\text{н}} < 0,20$  (для  $K = 50$ ).

Проведено сравнение пределов допускаемых погрешностей, рассчитанных для нестандартизованных методик на спектрометре SV 2000 ( $\Delta_{\text{sv}}$ ), и пределов, регламентированных ГОСТ 28033 для рентгенофлуоресцентного анализа ( $\Delta_{\text{гост}}$ ), которое показало, что фотоэлектрический метод анализа на спектрометре SV 2000 не уступает по точности рентгеноспектральному методу (табл. 4).

Таблица 4

Сравнение пределов допускаемых погрешностей аттестованных фотоэлектрических методик и стандартизированной рентгенофлуоресцентной методики

Элемент	Массовая доля элемента, %	$\Delta_{sv}$	$\Delta_{гост}$
Si	2,5-3,0	0,10	0,13
Mn	5,0-10,0	0,16	0,16
Mn	10,0-20,0	0,24	0,24
Cr	10,0-20,0	0,35	0,35
Cr	20,0-35,0	0,44	0,45
Ni	10,0-20,0	0,35	0,35
Ni	20,0-35,0	0,44	0,45

В связи с внедрением на ЗСМК технологии непрерывной разливки стали возникла необходимость анализа алюминия общего ( $Al_T$ ) и алюминия растворенного ( $Al_S$ ). Спектрометр SV 2000 имеет специальную программу, предназначенную для анализа только  $Al_T$  и  $Al_S$  [2]. Определение алюминия происходит по следующему режиму: продувка 3 с; короткий обжиг 2 с, экспозиция 6 с-замер  $Al_T$ ; обжиг 8 с, во время которого происходит обработка поверхности пробы и выжигание неметаллических включений алюминия, экспозиция 6 с-замер  $Al_S$ . Такой метод определения алюминия путем автоматических множественных интеграций на одной и той же точке в начале искрения и при стабилизации процесса называется методом PIM – Peak Integration Method. Массовые доли общего и растворенного алюминия определяют по разным градуировочным характеристикам. Разница между общим и растворенным алюминием будет нерастворенный алюминий. Проведена аттестация методики определения алюминия общего и растворенного, показатели точности составляют: 0,56-для  $Al_T$  и 0,54-для  $Al_S$  (допускаемый показатель точности согласно МУ МО 14-1-3-90 равен 0,75).

Для изучения аналитических возможностей спектрометра SV 2000 по специальной программе, имеющейся в приборе, определены пределы обнаружения некоторых элементов. По методике фирмы BAIRD для точного определения предела обнаружения нужно выбрать стандартный образец с низкой концентрацией, близкой к ожидаемому пределу обнаружения, и стандартный образец с высокой концентрацией, такой, чтобы график между ними был бы прямолинейным. Затем выполняется 20 обыскриваний образца с низкой концентрацией и одно обыскривание образца с высокой кон-

центрацией. После этого программа делает расчет предела обнаружения  $C_L^B$  по формуле:

$$C_L^B = 2\sqrt{2} \cdot SD_{низ} \cdot \frac{Выс.конц. - низ.конц.}{Выс.инт. - низ.инт.},$$

где SD-абсолютное стандартное отклонение для образца с низкой концентрацией; Выс., низ. конц. - высокая и низкая концентрация образцов; Выс., низ. инт. - высокая и низкая интенсивность образцов.

Для сравнения произведена оценка пределов обнаружения ( $C_L^{ch}$ ) по Сликерсу:

$$(C_L^{ch}) = 3\sqrt{2}\sigma_0[3].$$

где  $\sigma_0$ -среднее квадратическое отклонение для образца с низкой концентрацией элемента, рассчитанное по 10 измерениям.

Рассчитанные по двум методикам пределы обнаружения, практически одинаковые и находятся в диапазоне от 0,001 до 0,006 % (табл.5).

Таблица 5

Рассчитанные по двум методикам пределы обнаружения некоторых элементов для спектрометра SV 2000

Элемент	$C_L^B$ , %	$C_L^{ch}$ , %	Элемент	$C_L^B$ , %	$C_L^{ch}$ , %
C	0,006	0,004	Al	0,001	0,002
Si	0,01	0,001	Cu	0,001	0,001
Mn	0,003	0,002	Mo	0,001	0,002
S	0,001	0,001	V	0,001	0,001
P	0,001	0,001	Ti	0,001	0,001
CR	0,001	0,001	As	0,002	0,001
Ni	0,002	0,002	Nb	0,002	0,004

Для более точной выдачи кремния в производственных пробах кипящих марок стали возникла необходимость определения кремния меньше 0,01%. Нижний предел по кремнию в соответствии с ГОСТ 18895 составляет 0,01, а предел обнаружения кремния на спектрометре SV 2000 равен 0,001%. Проведен эксперимент по нахождению кратковременной воспроизводимости кремния на основе десяти измерений стандартного образца ST 01-02 и производственной пробы. Специальная программа, которая имеется в приборе, рассчитала стандартные отклонения (SD), относительные стандартные отклонения (RSD), средние значения кремния ( $C_{sv}$ ). Все эти значения, а также массовые доли кремния, определенные химическим методом ( $C_x$ ), представлены в табл.6.

Таблица 6

Результаты кратковременной воспроизводимости кремния на спектрометре SV 2000

Стандартный образец ST 01-2				Производственная проба			
$C_x, \%$	$\overline{C_{sv}}, \%$	SD	RSD	$C_x, \%$	$\overline{C_{sv}}, \%$	SD	RSD
0,004	0,004	0,0004	8,3	0,003	0,002	0,0003	13,5

В связи с началом производства на ЗСМК гранулированного алюминия и необходимостью определения его химического состава была разработана и аттестована методика КХА кремния, меди, железа, магния, марганца, свинца, олова, цинка, никеля в широком диапазоне концентраций (табл. 7). Настоящая методика предназначена для контроля технологического процесса и внесена в заводской реестр.

Таблица 7

Диапазон массовых долей определяемых элементов в сплавах на основе алюминия, анализируемых на спектрометре SV 2000

Элемент	Длина волны, нм	Диапазон массовых долей, %
Si	390,54	0,05-20,0
Cu	327,40	0,01-5,0
Fe	239,50	0,03-4,0
Mg	279,08	0,01-3,0
Mn	293,31	0,01-2,0
Pb	283,31	0,01-0,5
Sn	189,99	0,01-0,20
Zn	334,50	0,02-6,0
Ni	231,60	0,02-2,0

Ввиду отсутствия в МУ МО 14-1-61-90 норм точности для алюминиевых сплавов проведен эксперимент, в результате которого получены средние квадратические отклонения  $\sigma$ , для всех анализируемых элементов, затем для различного числа серий  $K'$  рассчитаны показатели правильности данной методики  $\Pi'_n$ , которые получились (табл. 8) меньше допускаемых значений  $D_n$ .

Таблица 8

Показатели правильности определяемых элементов в алюминиевых сплавах

Элемент	$\Pi'_n$	$D_n$	$K'$
Si	0,23	0,25	62
Cu	0,021	0,25	57
Fe	0,060	0,20	47
Mg	0,081	0,15	43
Mn	0,066	0,20	46
Pb	0,13	0,20	48
Sn	0,063	0,15	34
Zn	0,011	0,15	38
Ni	0,12	0,15	33

Для оценки точности разработанной нами методики провели сравнительный спектральный анализ одних и тех же производственных проб алюминиевого сплава на спектрометре SV 2000 и на спектрометре ARL 3460, принадлежащем Новокузнецкому алюминиевому заводу (НКАЗ). Сравнение показало, что расхождение результатов, полученных на двух приборах,  $|\Delta_{SV-ARL}|$  не превышает допускаемых расхождений  $d_n$ , регламентированных аттестованной методикой (табл. 9).

Таблица 9

Сопоставление результатов спектрального анализа производственных проб алюминиевых сплавов, полученных на спектрометрах SV 2000 и ARL 3460

Номер пробы	Прибор  Расхождение  Допуск	Массовая доля элементов, %						
		Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn	Ni
1	2	3	4	5	6	7	8	9
219	SV 2000	1,29	0,35	0,82	0,014	0,036	0,25	0,014
	ARL 3460	1,30	0,35	0,81	0,020	0,033	0,24	0,011
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,01	0	0,01	0,006	0,003	0,01	0,003
	$d_n$	0,12	0,06	0,13	0,007	0,015	0,070	-
241	SV 2000	1,72	1,45	1,40	0,146	0,137	3,09	0,044
	ARL 3460	1,77	1,46	1,47	0,150	0,130	3,15	0,045
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,05	0,01	0,07	0,004	0,007	0,06	0,001
	$d_n$	0,12	0,12	0,19	0,022	0,030	0,22	0,013
245	SV 2000	2,35	1,53	0,90	0,73	0,169	2,17	0,044
	ARL 3460	2,41	1,52	0,97	0,68	0,170	2,13	0,048
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,06	0,01	0,07	0,05	0,001	0,04	0,004
	$d_n$	0,19	0,12	0,13	0,05	0,030	0,22	0,013

окончание табл.9

1	2	3	4	5	6	7	8	9
254	SV 2000	5,02	1,86	1,10	0,51	0,228	2,32	0,068
	ARL 3460	5,14	1,82	1,17	0,47	0,220	2,26	0,081
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,12	0,04	0,07	0,04	0,008	0,06	0,013
	$d_a$	0,28	0,12	0,19	0,05	0,030	0,22	0,018
13-1	SV 2000	7,27	1,76	2,02	0,080	0,160	3,85	0,055
	ARL 3460	7,17	1,74	2,06	0,080	0,170	3,83	0,055
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,10	0,02	0,04	0	0,010	0,02	0
	$d_a$	0,28	0,12	0,26	0,016	0,030	0,22	0,013
9-1	SV 2000	0,34	4,15	0,28	1,19	0,52	0,030	0,028
	ARL 3460	0,34	4,00	0,30	1,19	0,51	0,030	0,027
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0	0,15	0,02	0	0,01	0	0,001
	$d_a$	0,06	0,18	0,09	0,07	0,07	0,022	0,013
100	SV 2000	6,71	2,05	2,60	0,36	0,29	2,43	0,164
	ARL 3460	6,80	1,93	2,46	0,32	0,32	2,30	0,160
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,09	0,12	0,14	0,04	0,03	0,13	0,004
	$d_a$	0,28	0,18	0,26	0,04	0,05	0,22	0,026
63	SV 2000	0,170	0,016	1,45	0,003	0,016	0,032	0,005
	ARL 3460	0,157	0,018	1,32	0,006	0,016	0,037	0,002
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,013	0,002	0,13	0,003	0	0,005	0,003
	$d_a$	0,039	0,012	0,19	-	0,009	0,022	-
75	SV 2000	3,07	0,59	1,15	0,084	0,087	0,98	0,25
	ARL 3460	3,22	0,60	1,34	0,093	0,085	1,01	0,23
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,15	0,01	0,19	0,009	0,002	0,03	0,02
	$d_a$	0,19	0,08	0,19	0,016	0,021	0,10	0,07
61	SV 2000	3,64	0,98	2,31	0,161	0,161	0,56	0,036
	ARL 3460	3,71	0,98	2,44	0,165	0,141	0,55	0,036
	$ \Delta_{SV-ARL} $	0,07	0	0,13	0,004	0,020	0,01	0
	$d_a$	0,19	0,08	0,26	0,022	0,030	0,10	0,013

Разработаны и аттестованы методики КХА (для контроля технологического процесса) алюминиевых бронз типа АЖ, оловянистых бронз типа ОЦС и фосфористых бронз типа ОФ, выплавляемых в литейном цехе ЭСМК. В ходе аттестации сначала получены значения  $\sigma_a$ , затем рас-

считаны показатели сходимости ( $\Pi_{\alpha}$ ), показатели воспроизводимости ( $\Pi_{\beta}$ ), показатели точности ( $\Pi_{\gamma}$ ), представленные в табл. 10 и не превышающие допускаемых значений  $D_{\alpha} = 0,35$ ,  $D_{\beta} = 0,85$ ,  $D'_{\gamma} = 0,75$  (при  $K = 50$ ,  $n = 2$ ).

Таблица 10

Метрологические характеристики, полученные при аттестации алюминиевых, оловянистых и фосфористых бронз

Элемент	Диапазон, %	$\Pi_{\alpha}$	$\Pi_{\beta}$	$\Pi_{\gamma}$	Элемент	Диапазон, %	$\Pi_{\alpha}$	$\Pi_{\beta}$	$\Pi_{\gamma}$
Алюминиевые бронзы					Оловянистые и фосфористые бронзы				
Al	3,0-15,0	0,26	0,83	0,44	Sn	1,0-20,0	0,29	0,81	0,70
Fe	0,1-8,0	0,21	0,62	0,66	Zn	0,20-10,0	0,12	0,57	0,68
Sn	0,01-0,5	0,12	0,47	0,60	Pb	0,05-10,0	0,30	0,61	0,66
Zn	0,05-4,0	0,16	0,57	0,37	Fe	0,02-1,0	0,17	0,36	0,71
Pb	0,01-2,0	0,13	0,66	0,59	P	0,01-2,5	0,15	0,69	0,71
Si	0,02-1,0	0,21	0,68	0,54	Sb	0,005-1,0	0,08	0,24	0,59
Mn	0,01-2,5	0,13	0,66	0,65					
Ni	0,02-5,0	0,15	0,61	0,56					
Sb	0,004-0,10	0,10	0,250	-					

## Эксплуатационные параметры спектрометра

В процессе эксплуатации спектрометра SV 2000 выявлен ряд конструктивных недостатков:

- Размещение вакуумного насоса внутри центрального отсека рядом с сосудом для воды, используемой для охлаждения столика штатива, что значительно повышало температуру воды.

- Отсутствие в вакуумной системе автоматического клапана для предотвращения попадания масла из насоса в спектрометр и впускного клапана для разряжения объема между автоматическим клапаном и вакуумным насосом в момент отключения насоса.

- Возможная коррозия системы водоохлаждения столиков вследствие использования в ней дистиллированной воды.

- Невозможность фотоэлектрического контроля ФЭУ из-за отсутствия тест-лампы.

Для устранения вышеперечисленных недостатков выполнены следующие работы:

- Вакуумный насос вынесен из центрального отсека и установлен рядом с прибором.

- В вакуумную систему введены автоматический и впускной клапаны.

- Для предотвращения коррозии системы водоохлаждения столиков в нее ввели резервуар с деионизирующим раствором.

- В объем спектрометра помещена тест-лампа для фотоэлектрического контроля ФЭУ, которая также играет роль усталостной лампы.

## Выводы

Спектрометр SV 2000 фирмы BAIRD является универсальным прибором для анализа углеродистых и высоколегированных сталей, литейных и легированных чугунов, цветных сплавов на медной и алюминиевой основе. Кроме того, в данном приборе реализована возможность анализа общего и растворенного алюминия методом PIM. Спектрометр имеет достаточно низкий предел обнаружения по всем элементам, включая кремний. В приборе замечены некоторые конструктивные недостатки, которые были устранены в период эксплуатации.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Методика оценки воспроизводимости результатов количественного химического анализа при входном контроле и контроле технологических процессов М 1-90. Свердловск: ИСО, 1990. 6. с.
2. Материалы фирмы BAIRD "The Analysis of Dissolved

- / Undissolved Aluminum in Low Alloy and Plain Carbon Steels by Optical Emission Spectroscopy", Baird Corporation 125 Middlesex Turnpike Bedford, MA 01730.
3. Slickers K. Automatic Emission Spectroscopy. Giessen: Bruhlische Universitatsdruckerei, 1989. 540 p.

\* \* \* \* \*

## OPERATING EXPERIENCE OF EMISSIVE VACUUM SPECTROMETER SPECTROVAC 2000 IN "ZSMK" FOUNDRY

V.V. Mandrygin, V.E. Meroshnikova, I.D. Ismaylov

*Operating experience of emissive vacuum spectrometer SV 2000 for analyses of carbonaceous and high-alloy cast iron, copper and aluminum alloys is reviewed. Metrological performance is presented. Possibility of determination of general and solute aluminum is presented. Comparison between limits of determination, which has been obtained by different methods, is conducted. Discovered design defects of spectrometer SV 2000 and ways of their elimination has been described.*